SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.14-2004

Air dan air limbah – Bagian 14: Cara uji oksigen terlarut secara yodometri (modifikasi azida)

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 1
3.1 Prinsip 1
3.2 Bahan 1
3.3 Peralatan 2
3.4 Persiapan pembuatan pereaksi 2
3.5 Persiapan pengujian 3
3.6 Prosedur 4
3.7 Perhitungan 4
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 4
4.1 Jaminan mutu 4
4.2 Pengendalian mutu 4
Lampiran A Pelaporan 5
Bibliografi 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan air limbah sebagaimana telah ditetapkan dalam Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air, Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air dan Nomor 37 Tahun 2003 tentang Metode Analisis Pengujian Kualitas air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan air limbah sebagaimana yang tercantum didalam Keputusan Menteri tersebut.

Metode ini merupakan hasil kaji ulang dari SNI yang telah kadaluarsa dan menggunakan referensi dari metode standar internasional Standard Methods. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta di konsensuskan oleh Subpanitia Teknis Kualitas Air, Panitia Teknis 207S, Bidang Manajemen Lingkungan dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 30 Januari 2004 di Serpong, Tangerang – Banten.

Metode ini berjudul *Air dan air limbah – Bagian 14: Cara uji oksigen terlarut secara yodometri (modifikasi azida)* yang merupakan revisi dari SNI 06-2424-1991 dengan judul *Metode pengujian oksigen terlarut dengan titrimetri.*

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 14: Cara uji oksigen terlarut secara yodometri (modifikasi azida)

1 Ruang lingkup

Metode ini meliputi cara uji kadar oksigen terlarut (*Dissolved Oxygen,* DO) dari contoh air dan air limbah; terutama untuk contoh yang mengandung lebih besar dari 50 μg NO_2 -N/L dan kadar besi (II) lebih kecil dari 1 mg/L dengan menggunakan metode yodometri (modifikasi azida) untuk kadar oksigen terlarut sama atau di bawah kejenuhannya.

2 Istilah dan definisi

2.1
oksigen terlarut (*Dissolved Oxygen,* DO)
jumlah miligram oksigen yang terlarut dalam air atau air limbah yang dinyatakan dengan mg O_2 /L

2.2
blind sample
larutan baku dengan kadar tertentu

2.3
spike matrix
contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

2.4
***Certified Reference Material* (CRM)**
bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

2.5
***Standard Reference Material* (SRM)**
bahan standar yang mampu telusur ke sistem nasional atau internasional

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Oksigen terlarut bereaksi dengan ion mangan (II) dalam suasana basa menjadi hidroksida mangan dengan valensi yang lebih tinggi (Mn IV).

Dengan adanya ion yodida (I^-) dalam suasana asam, ion mangan (IV) akan kembali menjadi ion mangan (II) dengan membebaskan yodin (I_2) yang setara dengan kandungan oksigen terlarut. Yodin yang terbentuk kemudian dititrasi dengan sodium thiosulfat dengan indikator amilum.

3.2 Bahan

a) mangan sulfat, $MnSO_4.4H_2O$; $MnSO_4.2H_2O$ atau $MnSO_4.H_2O$;
b) air suling;
c) natrium hidroksida, NaOH atau Kalium hidroksida, KOH;

© BSN 2004

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

d) Na Iodida, NaI atau Kalium Iodida, KI;
e) amilum/kanji;
f) natrium azida, NaN_3
g) asam salisilat;
h) asam sulfat, H_2SO_4 pekat;
i) sodium thiosulfat, $Na_2S_2O_3.5H_2O$;
j) kalium bi-iodat, $KH(IO_3)_2$; dan
k) kalium dikromat, $K_2Cr_2O_7$.

3.3 Peralatan

a) botol *Winkler*;
b) buret mikro 2 mL atau digital buret 25 mL;
c) pipet volume 5 mL; 10 mL dan 50 mL;
d) pipet ukur 5 mL;
e) erlenmeyer 125 mL;
f) gelas piala 400 mL; dan
g) labu ukur 1000 mL.

3.4 Persiapan pembuatan pereaksi

3.4.1 Larutan mangan sulfat

Larutkan 480 g $MnSO_4.4H_2O$ atau 400 g $MnSO_4.2H_2O$ atau 364 g $MnSO_4.H_2O$ dengan air suling ke dalam labu ukur 1000 mL, tepatkan sampai tanda tera.

3.4.2 Larutan alkali yodida azida

Larutkan 500 g NaOH atau 700 g KOH dan 135 g NaI atau 150 g KI dengan air suling, encerkan sampai 1000 mL. Tambahkan larutan 10 g NaN_3 dalam 40 mL air suling.

3.4.3 Larutan kanji (amilum/ kanji)

Larutkan 2 g amilum dan 0,2 g asam salisilat, HOC_6H_4COOH sebagai pengawet dalam 100 mL air suling yang dipanaskan (mendidih).

3.4.4 Asam sulfat 6 N

Campurkan 1(satu) bagian volume asam sulfat pekat kedalam 5 bagian air suling.

3.4.5 Larutan sodium thiosulfat 0,025 N

Timbang 6,205 g $Na_2S_2O_3.5H_2O$ dan larutkan dengan air suling yang telah dididihkan (bebas oksigen), tambahkan 1,5 mL NaOH 6 N atau 0,4 g NaOH dan encerkan hingga 1000 mL. Lakukan standarisasi dengan larutan kalium bi-iodat.

3.4.6 Larutan baku kalium bi-iodat, $KH(IO_3)_2$ 0,0021 M (0,025 N)

Larutkan 812,4 mg $KH(IO_3)_2$ dalam air suling dan encerkan sampai 1000 mL.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3.4.7 Larutan baku kalium dikromat, $K_2Cr_2O_7$ 0,025 N

Larutkan 1,2259 g $K_2Cr_2O_7$ (yang telah dikeringkan pada 150°C selama 2 jam dengan air suling dan tepatkan sampai 1000 mL.

3.5 Persiapan pengujian

a) Sediakan botol *Winkler*

b) Masukkan contoh uji ke dalam botol *Winkler* sampai meluap, hati-hati jangan sampai terjadi gelembung udara, kemudian tutup rapat jangan sampai ada gelembung udara didalam botolnya.

c) Lakukan pengujian contoh uji segera setelah contoh uji di ambil.

3.5.1 Penetapan larutan thio sulfat dengan kalium bi-iodat

a) Larutkan lebih kurang 2 g KI dalam erlenmeyer dengan 100 mL sampai dengan 150 mL air suling.

b) Tambah 1 mL H_2SO_4 6N atau beberapa tetes asam sulfat pekat.

c) Pipet 20,0 mL larutan baku kalium bi-iodat dan tambahkan ke dalam erlenmeyer yang berisi KI.

d) Encerkan sampai 200 mL dan titar yodin yang terbebaskan dengan menggunakan larutan thio sulfat sampai warna kuning muda.

e) Tambahkan larutan indikator amilum/kanji lanjutkan titrasi sampai warna biru tepat hilang.

f) Hitung normalitas larutan $Na_2S_2O_3$ dengan rumus sebagai berikut :

$$N - Na_2S_2O_3 = \frac{N_2 x V_2}{V_1}$$

dengan pengertian:

N adalah normalitas $Na_2S_2O_3$;

V_1 adalah mL $Na_2S_2O_3$;

V_2 adalah mL kalium bi-iodat yang digunakan;

N_2 adalah normalitas larutan kalium bi-iodat.

3.5.2 Penetapan larutan thio sulfat dengan kalium dikromat

a) Larutkan 4.904 g $K_2Cr_2O_7$ (p.a) dalam air suling dan larutkan hingga 1000 mL untuk mendapatkan larutan 0,1000 N. Simpan di botol tertutup.

b) Kedalam 80 mL air suling, tambahkan sambil diaduk 1 mL H_2SO_4 pekat, 10,00 mL. 0,1000 N $K_2Cr_2O_7$ dan 1 g KI, aduk dan simpan ditempat gelap selama 6 menit.

c) Titrasi dengan 0,1 N $Na_2S_2O_3$ sampai terjadi perubahan warna.

d) Hitung normalitas larutan $Na_2S_2O_3$ dengan rumus sebagai berikut :

$$N - Na_2S_2O_3 = \frac{N_2 x V_2}{V_1}$$

dengan pengertian :

N adalah normalitas $Na_2S_2O_3$;

V_1 adalah mL $Na_2S_2O_3$;

N_2 adalah mL $K_2Cr_2O_7$ yang digunakan;

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

V_2 adalah normalitas larutan $K_2Cr_2O_7$.

3.6 Prosedur

a) Ambil contoh yang sudah disiapkan
b) Tambahkan 1 mL $MnSO_4$ dan 1 mL alkali iodida azida dengan ujung pipet tepat di atas permukaan larutan
c) Tutup segera dan homogenkan hingga terbentuk gumpalan sempurna.
d) Biarkan gumpalan mengendap 5 menit sampai dengan 10 menit.
e) Tambahkan 1 mL H_2SO_4 pekat, tutup dan homogenkan hingga endapan larut sempurna.
f) Pipet 50 mL, masukkan ke dalam erlenmeyer 150 mL
g) Titrasi dengan $Na_2S_2O_3$ dengan indikator amilum/kanji sampai warna biru tepat hilang.

CATATAN
Penambahan volume pereaksi diatas berdasarkan botol *winkler* 250 mL sampai dengan 300 mL, bila menggunakan botol *winkler* dengan volume yang lain agar dihitung secara proporsional.

3.7 Perhitungan

$$Oksigen\ Terlarut\ (mg/L) = \frac{V\ x\ N\ x\ 8000\ x\ F}{50}$$

dengan pengertian:

V adalah mL $Na_2S_2O_3$;

N adalah normalitas $Na_2S_2O_3$;

F adalah faktor (volume botol dibagi volume botol dikurangi volume pereaksi $MnSO_4$ dan alkali iodida azida) pada langkah 3.6 butir b).

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas pro analisa (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

4.2 Pengendalian mutu

Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analis *Relative Percent Different* (RPD) 10%.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis dan tanda tangan.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5) Rekaman kurva kalibrasi atau kromatografi.
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Batas deteksi.
9) Rekaman hasil perhitungan.
10) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau *crm* atau *blind sample* (bila dilakukan).

10.1 Kadar DO dalam contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

Leonore S.F. Cleveri et al. 1988, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.*, No. 4500-O C ,20th Edition, Washington DC ;APHA, AWWA,WEF.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id

© BSN 2004